

Alüminyum köpük üretiminde alaşım elementlerinin etkisi

Sedat İHVAN, B. Deniz POLAT, Deniz SEZER, Özgül KELEŞ*

İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Programı, 34469, Ayazağa, İstanbul

Özet

Kapalı hücreli metal/metalik köpükler arasında alüminyum köpükler düşük yoğunlukları, ısıtma işlemi mekanik özelliklerinin geliştirilebilmesi, sesi, titreşimi, radyasyonu, darbe enerjisini ve manyetik enerjiyi sönümleme yetenekleri ve düşük maliyetle üretilmeleri nedeniyle teknolojik uygulamalara uygun fonksiyonel malzemeler olarak ön plana çıkmaktadır. Bu çalışmada, kapalı hücreli alüminyum köpük üretiminde alaşım elementlerinin ve köpükleştirici oranının köpükleşme mekanizmasına etkisi yanıt yüzey analizi yöntemi ile irdelenmiştir. Alüminyum tozuna magnezyum ve silisyum alaşım elementleri toz olarak ilave edilmiş ve 6000 serisi yaşlandırılabilen alüminyum alaşımı köpük halinde üretilmiştir. Köpükleştirici ajan olarak titanyum hidrür kullanılmıştır. Tozlar herhangi bir alaşımlandırma işlemine tabi tutulmaksızın karıştırılıp hazırlanmış ve 450°C’de sıcak preslenerek köpükleşmeye hazır kompaktlar haline getirilmiştir. Köpükleştirme 715°C’de atmosferik ortamda ve 12 dakika süre ile yürütülmüştür. Elde edilen alüminyum köpüklerin sertlikleri ölçülmüş ve sonuçlar ANOVA ve regresyon analizleri kullanılarak istatistiki olarak değerlendirilmiştir. Deneyler sonucunda başlangıç malzemesi olarak saf elementer tozlar kullanılarak alaşımlı alüminyum köpük üretilmiş ve üretilen köpüklerin sertliği üzerinde kullanılan köpükleştirici ajanın etkisi olmadığı ancak magnezyum yüzdesi arttıkça sertliğin lineer olarak arttığı, silisyum yüzdesi arttıkça ise sertliğin parabolik bir eğilimle değiştiği görülmüştür. Saf elementer tozlardan elde edilen köpüklerin mikro-yapı çalışmalarında oluşan fazların morfolojileri optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu ile karakterize edilmiş ve tane sınırlarında yoğunlaşmış çubuksu fazlara rastlanmıştır. Bu fazların kimyasal analizi sonucunda β -AlFeSi olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Alüminyum Köpük, Yanıt Yüzey Analizi, 6000 serisi alüminyum alaşımları.

*Yazışmaların yapılacağı yazar: Özgül KELEŞ. ozgulkeles@itu.edu.tr; Tel: (212) 285 33 98.

Bu makale, dördüncü yazar tarafından İTÜ Kimya-Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Programında tamamlanmış olan "Metalik köpüklerin üretimi ve üretim parametrelerinin deney tasarım yöntemleri ile optimizasyonu" adlı 320390 numaralı BAP Projesinden hazırlanmıştır. Makale metni 21.07.2009 tarihinde dergiye ulaşmış, 16.09.2009 tarihinde basım kararı alınmıştır. Makale ile ilgili tartışmalar 31.08.2011 tarihine kadar dergiye gönderilmelidir.

Bu makaleye "İhvan, S., Deniz Polat, B., Sezer, D., Keleş, Ö., (2011) ‘Alüminyum köpük üretiminde alaşım elementlerinin etkisi’, İTÜ Dergisi/D Mühendislik, 10: 2, 149-157” şeklinde atıf yapabilirsiniz.

The effect of alloying elements in aluminum foam production

Extended abstract

During the last ten years, the subgroup of functional materials, foams are coming forth with their combined features such as light weight, high specific strength, large surface area and high absorbing capabilities. These structures consist of two branches: open cell foams with enormous surface area enabling fluids to flow through and closed cell foams having the ability of absorbing various kinds of energies (sound energy, impact energy, magnetic energy, vibration energy, radiation). Closed cell aluminum foams are largely investigated metal foams because of base metal's advantages like low density, low melting point, low cost, recyclability and being incorporated by several kind of alloys.

As for the closed cell aluminum, pores have to be generated usually by gases, either introducing the gas into the melt or creating a gas pressure inside the semi-molten compact. The latter is also referred as powder route production, where metallic hydrides or carbonates act as foaming agents releasing gases into the compressed precursor by decomposing in certain temperatures. In literature, mostly titanium hydride (TiH_2) is preferred as the foaming agent due to its high decomposition temperature. Also heat treating to titanium hydride can even delay the decomposition temperature. Thus, it enables proper foaming without cracks. As the nature of the structural material, 6000 series alloys are of special interest due to their heat treatable nature and positive effects on foaming. In this research, three factors, Mg, Si and TiH_2 at three levels are examined according to the designed experimental plan. The three levels of Mg and Si are 0.5-1-1.5% (wt) and 0.4-0.6-0.8% (wt) for TiH_2 . Response surface methodology is used to analyse the effects of these factors on foaming and these effects are demonstrated on the selected response: micro hardness. The aim of this work is to evaluate the effects of the factors determined in the designed experimental plan and to realize the alloying during foaming. In the total of 16 experiments, powder compositions are varied while the other conditions are held constant for the sake of meaningfulness of the results. Briefly, each powder composition are weighed as accurate as possible

with a high precision balance that can recognize 0.0001th of a gram, then mixed separately for half an hour and finally they are compacted with uniaxial press to get the closest theoretical density value (least 99.5% is reached for any precursor is achieved). The theoretical density of the precursor's are tested by Archimedes' Principle. Lastly, precursors are foamed in an atmospheric furnace at 715° for 12 minutes. Then the foaming mold is placed on a copper plate which is continuously cooled with water to solidify the all body as soon as possible. The so called importance of theoretical density comes from the necessity of imprisoning the foaming gas within the precursor. It is important when the released gas is H_2 with low molecular diameter which can easily escape from any cracks or holes. Also the decomposition temperature of TiH_2 ($\sim 400^\circ\text{C}$) when compared to metal's melting point ($\sim 660^\circ\text{C}$) can cause release of the gas which is an issue because the decomposition takes place in solid phase makes difficult to keep the gas inside the precursor. Another point to be stressed in this study is alloying that is expected to happen during the foaming process without applying any pre-alloying procedure. To investigate that, responses are analysed with statistical tools and microstructure of the foams are investigated. Produced aluminum foams are cut into half to obtain micrographs with optical microscope (OM) and scanning electron microscope (SEM), and also to run microhardness tests. Statistical analysis (ANOVA and Regression) show quite good correlations (R^2 and R^2_{adjusted} being 89.3% and 86.28%) between measured microhardness values and calculated ones. It is found that silicon has a parabolic effect on microhardness where magnesium rises the hardness in a linear manner. 1.5 % Mg and 1.5% Si is the foam that gives the hardest composition. As expected, the foaming agent, TiH_2 , does not show significant effect on the microhardness. Microstructural characterizations show that powders are sintered and formed grains. And, plate like $\beta\text{-AlFeSi}$ phases have formed at the grain boundaries. No Mg_2Si phase is detected since the foams underwent no heat treatment procedure. Consequently, all these statistical and microstructural analysis reveals that alloying during foaming is achieved in the coherence with literature.

Keywords: Aluminum Foam, Response Surface Analysis, 6000 series aluminum alloys.

Giriş

Gözenekli veya hücreli yapıya sahip malzemeler köpük olarak adlandırılırlar. Köpükler hücre yapılarına göre açık ve kapalı hücreli olarak sınıflandırılmaktadırlar. Son yıllarda özellikle metal/metalik köpükler yüksek spesifik mukavemet, düşük yoğunluk ve enerji absorblama yetenekleri sayesinde özellikle uçak-uzay, otomotiv, inşaat, kimya ve biyomalzeme alanlarında yaygın kullanım alanı bulmaktadır (Ma ve Tzeng, 2007). Alüminyum köpükler düşük yoğunlukları, kolay alaşımlandırılabilirlikleri ve çok sayıda üretim yönteminin varlığı nedeniyle ön plana çıkmaktadır (Deqing vd., 2006).

Kapalı hücreli alüminyum üretiminde bilinen en eski yöntem eriyik metale gaz yada köpükleştirici ajan ekleyerek köpük oluşturmaktır. Ancak bu yöntemde genellikle levha şeklinde ürünler üretilmekte olup düşük toleranslara sahip karmaşık geometri köpüklerin üretimi mümkün olamamaktadır. Diğer yandan, son yıllarda yaygınlaşan toz metalurjisi yöntemi ile köpük üretiminde ise karmaşık şekilli parçaların metalik köpüklerden üretimi gerçekleştirilebilmektedir. Toz metalurjisi yönteminde ilk aşama tozların sıcak preslenerek kompakt hale getirilmesidir. Daha sonra kompakt hale getirilen tozlar yüksek sıcaklıkta ergitilerek toz içerisindeki köpükleştirici ajanların bozunmaları sağlanır ve bozunma esnasında ortaya çıkan gazlar eriyik içinde hapsedilerek katılaşma sağlanır (Kennedy ve Asavavisitchai, 2004).

Kapalı hücreli alüminyum köpüğü üretimine yönelik çalışmalarda yaygın olarak kullanılan alaşımlar Al-Si ve Al-Mg-Si alaşımlarıdır. Al-Mg-Si (6000 serisi) alüminyum alaşımları ısıtılma ile sertleştirilebilen alaşım olarak özellikle otomotiv sanayiinde yaygın olarak kullanılırlar. Bu alaşımlardan toz metalurjisi yöntemi ile elde edilen köpüklerde genellikle ön alaşımlandırılmış tozlar kullanılmaktadır. Ancak ön alaşımlama yapılmadan elementer tozların karıştırılması köpükleştirme yöntemine ilişkin çalışmalar da mevcuttur. Matijasevic ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada Al, AlCu₄, AlSi₇, AlSi₁₂ ve AlSi₆Cu₄ gibi alaşımlarla çalışılmış ve sırasıyla daha iyi köpükleşme davranışları kaydedilmiştir (Matijasevic vd., 2006). Buna göre alaşım elementlerinin miktarsal etkileri incelemeye

açık bir alan oluşturmaktadır. Köpük üretiminde bu çalışmada, ticari saflıkta elementler tozlar kullanılarak toz metalurjisi yöntemiyle 6000 serisi kapalı hücreli alüminyum köpük üretilmiştir ve ısıtılma işlemi tabii tutulmadan alaşım elementlerinin üretilen köpüklerin mikrosertlik değerleri üzerine etkisi incelenmiştir. Deneylerin tasarlanması ve analizi aşamasında bir deney tasarımı tekniği olan “Yanıt Yüzey Analizi” kullanılmıştır.

Yanıt yüzey analizi bir deney tasarımı tekniğidir. Bu teknikte deneyde kullanılan parametrelerin etkileri, parametreler arası etkileşimler ve parametrelerin ikinci seviyeden etkilerinin olup olmadığı incelenirken, parametrelerin ölçülen sonuç değişkeni üzerindeki etkileri yüzey ve/veya kontur grafikleri ile gösterilir. Araştırmacının deneyinde değiştirdiği parametrelerin ölçülen mikrosertlik üzerindeki etkisinin istatistiki olarak değerlendirilmesini sağlayan bu yöntem, aynı zamanda ölçülen değerlere en yakın matematiksel modelin de oluşturulmasına olanak verir. Bu özelliği nedeniyle yanıt yüzey analizi incelenen sistem/proses/ürünlerin optimize edilmesini de sağlar (Myers vd., 2009).

Bu çalışmada 3 parametrelili ve 3 seviyeli iki adet tekrar deneyden oluşant 16 adet deney tasarlanmış ve üretilen alüminyum köpüklerin sertlikleri üzerinde köpükleştirici ajan, Mg ve Si elementlerinin etkileri irdelenmiştir.

Deneyel çalışmaları

Deney tasarımı yanıt yüzey analizi kullanılarak üretilen alüminyum köpüklerinin sertliklerini etkileyen üç parametre ve her parametre için üç seviye seçilmiştir. Seçilen parametreler; köpükleştirici ajan yüzdesi (% TiH₂), magnezyum ve silisyum yüzdesidir. Tablo 1’de deneylerde kullanılan parametreler ve seviyeleri yer almaktadır.

Tablo 1. Deneylerde kullanılan deney parametreleri ve seviyeleri

Parametreler	Seviyeler		
	-1	0	1
A, TiH ₂ miktarı (% ağı.)	0.4	0.6	0.8
B, Mg (% ağı.)	0.5	1	1.5
C, Si (% ağı.)	0.5	1	1.5

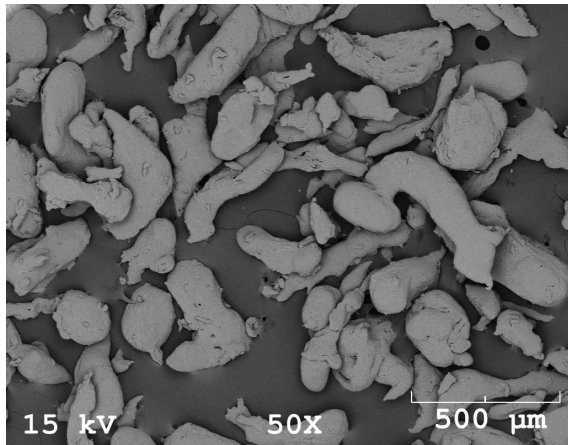
Alüminyum toz içerisine Mg ve Si tozları ağırlıkça %0.5, %1 ve %1.5 oranlarında eklenirken TiH_2 %0.4, %0.6 ve %0.8 oranlarında ilave edilmiştir. Alüminyum tozu %99.3 saflıkta olup toza ait XRF analiz sonuçları Tablo 2’de verilmiştir.

Tablo 2. Alüminyum toza ait XRF analiz sonuçları (% ağırlık)

Si	Fe	Ni	Zn	Ag	Al	Diğer
0.36	0.21	0.047	0.012	0.04	99.3	kalan

XRF analizinde alüminyum tozu içinde %0.36 ve %0.21’lik oranlarda silisyum ve demir elementlerine rastlanmıştır.

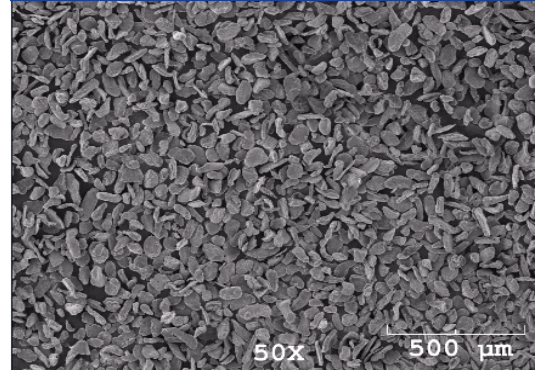
Kullanılan ticari saflıktaki alüminyum tozu ortalama 300 μ m tane boyutundadır (Gürel Makina). Şekil 1’de alüminyum tozunun SEM görüntüleri verilmiştir.



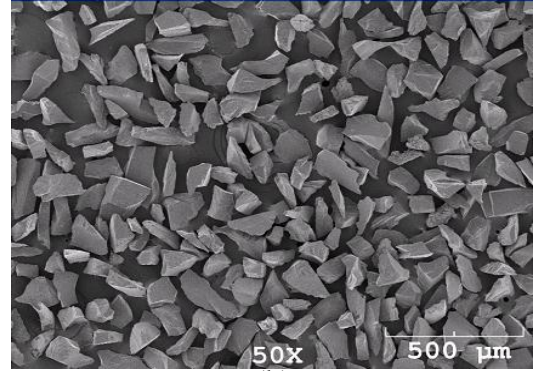
Şekil 1. Alüminyum tozunun SEM görüntüsü

Magnezyum (St. Georgen bei Salzburg), silisyum (Alfa Aesar) ve TiH_2 (Alfa Aesar) tozları ise sırasıyla ortalama 100 μ m, 200 μ m ve 45 μ m tane boyutundadır (Şekil 2a, 2b ve 2c)

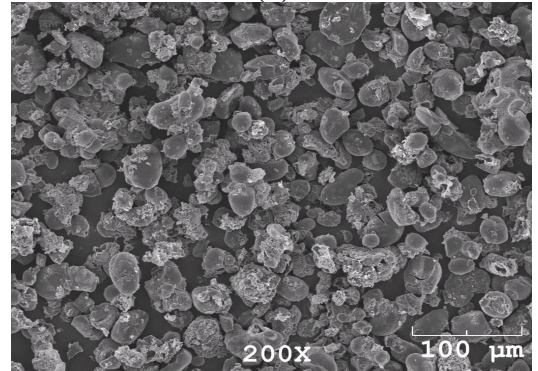
Tablo 3’de yanıt yüzey analizi ile tasarlanmış 16 değişik deney kombinasyonları verilmiştir. Bu kombinasyonlar içinde iki deney (Deney No.2 ve Deney No.10) sonuçların tekrarlanabilirliğini göstermek amacıyla merkez seviyelerde tekrarlanmışlardır. Bunlar tekrar deneyler olarak tanımlanan deneylerdir.



(a)



(b)



(c)

Şekil 2. Magnezyum tozunun SEM görüntüsü(a), silisyum tozunun SEM görüntüsü (b), TiH_2 tozunun SEM görüntüsü (c)

Alüminyum köpük üretimi için öncelikle tozlar hassas terazide tartılmış ve turbula tipi karıştırıcıda 30 dak. süreyle karıştırılmıştır. Hazırlanan toz karışımları hidrolik preste 100 bar basınç altında 30 g’lık tabletler halinde sıcak kalıp yardımıyla basılmışlardır.

Tabletler daha sonra 715°C’ye ısıtılmış fırında (Nabertherm) atmosferik ortamda köpükleştirme kalıbında 12 dakika boyunca tutularak köpürtülmüşler ve ardından oluşan köpüklerin sönmesini engellemek amacıyla hızla soğutulmuşlardır.

Köpük numuneler boydan kesilip mekanik olarak zımparalanmış ve parlatılmış, sonrasında optik mikroskopla (Leica DMRX) görüntülenmiştir. Köpük morfolojileri ise taramalı elektron mikroskobu (JEOL JSM 7000F) ile incelenmiştir.

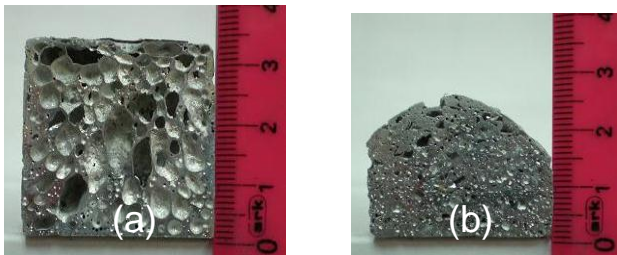
Parlatılmış köpük kesitlerinde 200 gf yük ile 12 sn sürede mikro sertlik (Leica VM HTMOT) ölçümleri alınmıştır.

Tablo 3. Planlanan deney matrisi ve ölçülen sertlik değerleri

Deney No	A	B	C	Sertlik (HV) Ortalama
1	0.6	1	1.5	60±12.26
2	0.6	1	1	59±8.65
3	0.8	0.5	1.5	51±4.98
4	0.4	0.5	0.5	41±4.27
5	0.8	1	1	62±8.97
6	0.8	1.5	1.5	63±11.16
7	0.8	1.5	0.5	62±13.55
8	0.4	0.5	1.5	53±13.87
9	0.6	1.5	1	69±7.49
10	0.6	1	1	60±5.84
11	0.4	1.5	1.5	70±8.77
12	0.6	1	0.5	55±8.22
13	0.8	0.5	0.5	49±6.13
14	0.6	0.5	1	54±8.57
15	0.4	1	1	65±4.08
16	0.4	1.5	0.5	58±1.36

Sonuçlar ve tartışma

Şekil 3’de üretilen köpüklerden ve kesitlerinden örnekler verilmiştir.



Şekil 3. Deney numarası 9 (a) ve 12 (b) olan alüminyum kapalı porlu köpük örnekleri

Şekil 3’den de görüleceği üzere oldukça iyi köpürme davranışı sergileyen numunler üretildiği gibi, henüz köpürme kinetiğini tamamlamamış köpükler de elde edilmiştir. Şekil 3b’de verilen köpükte oluşan hücreler oldukça küçük olup, köpükleşme aşamasında öngörülen süre Banhart’ın çalışması gözönüne alındığında bu deney numunesi için yeterli olmadığı gözlenmiştir (Duarte ve Banhart, 2000).

Tablo 3’de gerçekleştirilen 16 deneye ait deney matrisi ve üretilen köpüklerden alınan mikrosertlik değerleri verilmiştir. Mikrosertlik değerleri hücre duvarlardan ve özellikle hücre duvarlarının birleşen bölgelerinden, her numuneden toplam 6 adet alınmıştır. Ölçülen değerlerin ortalama ve standart sapma değerleri Tablo 3’de verilmiştir. Mikrosertlik değerlerinde elde edilen standart sapma değerlerinin yüksek olması bazı köpüklerde duvarların kalınlıklarına bağlı olarak yaşanan ölçme zorluklarından kaynaklanmaktadır. Tablo 3’de görüldüğü şekilde değişen Mg, Si ve TiH₂ yüzdelereine bağlı olarak 16 deneyde elde edilen numunelere ait mikro sertlik değerleri 49-70 H_v arasında değişmektedir.

Sertlik ölçüm değerleri MINITAB 15 bilgisayar programı kullanılarak ile ANOVA (Analysis of Variance) ve regresyon analizleri ile istatistiksel olarak analiz edilmiştir. Analizler iki aşamalı olarak gerçekleşmiş, ilk aşamada deneyde yer alan tüm faktörler analize katılmıştır. Tablo 4’de tüm faktörlerle verilen sonuçlar elde edilmiştir.

Tablo 4’de görülen ANOVA ve regresyon analiz sonuçları incelendiğinde korelasyon katsayılarının çok yüksek ve birbirlerine çok yakın olduğu görülmüştür. R² (% 97.2) ve R²_{ayarılanmış} (% 93.06) olarak hesaplanmıştır. Ancak, Tablo 4’deki regresyon sonuçları incelendiğinde TiH₂ yüzdesinin ve TiH₂ ile diğer parametrelerin etkileşimlerinin (AC, AB), magnezyumun ikinci dereceden etkisinin ve magnezyum ve silisyumun aralarındaki etkileşimin modele belirgin katkısının olmadığı tespit edilmiş (bkznz p değerleri) ve bu terimler modelden çıkarılıp hataya eklenerek yani havuzlanarak, (pooling) analizler tekrarlanmıştır.

Tablo 4. Ortalama sertlik değerleri üzerine regresyon ve ANOVA analizi sonuçları

Regresyon analizi

Terimler	Katsayı	SH* katsayısı	T	p
Sabit	61.6	0.93	65.6	0.00
TiH ₂ (A)	-0.000	0.62	-0.0	1
Mg (B)	7.4	0.62	11.8	0.00
Si (C)	3.2	0.62	5.1	0.002
TiH ₂ *TiH ₂	0.84	1.21	0.69	0.51
Mg*Mg	-1.15	1.21	-0.94	0.38
Si*Si	-5.15	1.21	-4.2	0.006
TiH ₂ *Mg	-1.12	0.7	-1.6	0.16
TiH ₂ *Si	-2.62	0.7	-3.7	0.01
Mg*Si	-0.12	0.7	-0.2	0.864

R² = % 97.2 R² ayarlanmış = % 93.06

*SH: standart hata

ANOVA analizi

Kaynak	SD	KT**	Ort KT	F	p
Regresyon	9	824.8	91.6	23.36	0.01
Lineer	3	650	216.6	55.23	0.0
Kare	3	109.5	36.5	9.31	0.01
Etkileşim	3	65.3	21.8	5.55	0.04
Hata	6	23.5	3.9		
Uyumsuzluk	5	23.0	4.6	9.22	0.24
Saf hata	1	0.5	0.5		
Toplam	15	848.4			
		3			

*SD: serbestlik derecesi, **KT: Karelerin Toplamı

Tablo 5’de yüksek korelasyon katsayıları R² (%89.03) ve R² ayarlanmış (%86.28) elde edilmiştir. Bunun anlamı deneysel verilerle modelden elde edilen verilerin %89’lık oranda örtüşmektedir.

Bu durumda köpüklerde sertliği etkileyen parametrelerin magnezyum ve silisyum yüzdesi olduğu ve ayrıca silisyumun ikinci dereceden bileşeninin de bu modelde varolduğu sonucuna varılmıştır. Burada en etkili faktörün B (Mg), ikinci faktörün ise C (Si) olduğu tespit edilmiştir. TiH₂ faktörünün sertlik üzerine belirgin bir etkisinin bulunamamıştır.

Köpüklerin sertlik ortalamasının Mg ve Si’a göre değişimi yüzey grafiği olarak Şekil 4a’da verilmiştir. Şekil 4a ve b’de görüldüğü gibi magnezyum yüzdesi arttıkça sertlik doğrusal olarak artmakta ancak artan silisyum yüzdesi ile para-

bolik olarak artmaktadır. Bu da silisyum yüzdesi ile üretilen köpüklerin sertliği arasında ikinci dereceden bir ilişki olduğunu göstermektedir.

Tablo 5. Ortalama sertlik değerleri üzerine seçilen parametreler ile gerçekleştirilen regresyon ve ANOVA analizi sonuçları

Regresyon analizi

Terimler	Katsayılar	SH katsayısı	T	p
Sabit	61.5	1.13	54.0	0.00
Mg (B)	7.4	0.88	8.4	0.00
Si (C)	3.2	0.88	3.6	0.003
Si*Si	-5.3	1.43	-3.6	0.03

R²=%89.03R² ayarlanmış=%86.28

Tablo 5. Devamı

ANOVA analizi

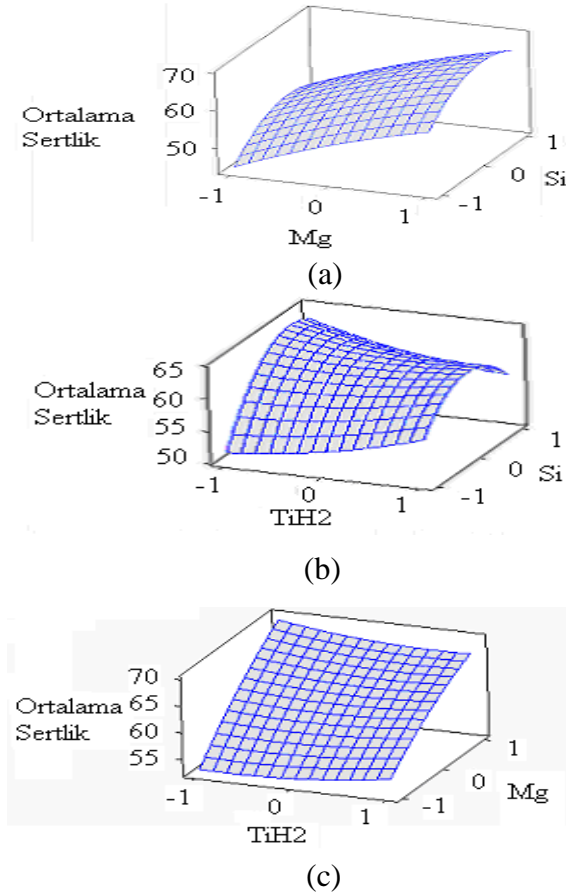
Kaynak	SD	KT	Ort KT	F	p
Regresyon	3	755.3	251.7	32.4	0.0
Lineer	2	650	325.0	41.9	0.0
Kare	1	105.3	105.3	13.6	0.003
Hata	12	93.1	7.75		
Uyumsuzluk	5	55.6	1.12	0.09	
Saf hata	7	87.5	12.5		
Toplam	15	848.43			

Şekil 4b’de en yüksek sertlik değerleri alaşımında %1.5 Mg ve %1.5 Si olduğu durumlarda elde edilirken (Deney No.6: 63 H_v ve Deney No. 11: 70 H_v) en düşük sertlik değerleri alaşımın %0.5 Mg ve %0.5 Si içerdiği durumlarda (Deney No.4: 41H_v ve Deney No.13: 49 H_v) elde edilmektedir.

6xxx serisi alaşımlarda alaşımın mukavemetini Mg:Si oranı belirler. Isıl işlem ile sertleşen bu alaşımlarda oluşan MgSi₂ fazının oluşumu ile alaşımın mukavemeti artar. Lehmhus ve Banhart tarafından toz metalurjisi tekniği ile ön alaşımlanmış tozlar kullanılarak üretilmiş Mg, Si ve Cr içeren 6061 serisi ısıl işlem görmemiş köpüklerde yapılan mikrosertlik incelemeleri sonucunda da 40 H_v ile 70 H_v arasında değişen benzer değerler elde edilmiştir (Lehmhus vd., 2002).

Ticari olarak üretilen Alporas (Al-Ca%1.5Ti%1.5) ve Alulight (Al-

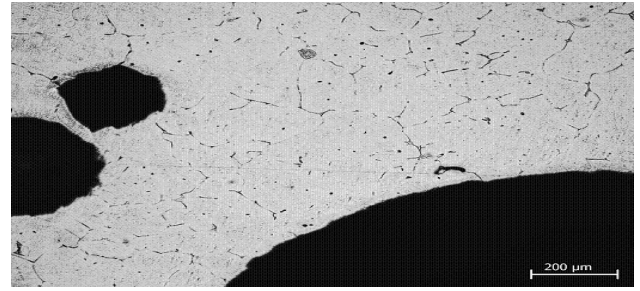
Si%10SiMg%1) köpüklerde yapılan mikrosertlik ölçümleri de sırasıyla $30.5 \pm 2.8 H_v$ ve $54.8 \pm 4.99 H_v$ olarak bulunmuştur (İdris vd., 2009).



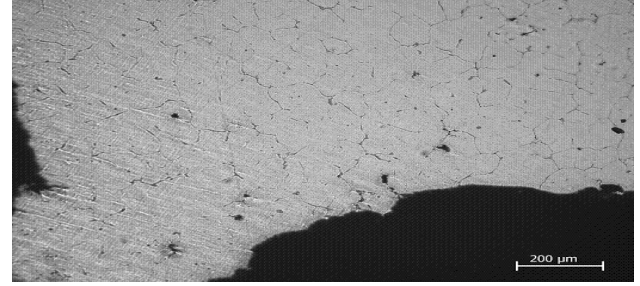
Şekil 4. Köpüklerin sertlik değerleri üzerine parametrelerin etkilerini gösteren yanıt-yüzey grafikleri. (a) Mg-Si'un (BC), (b) TiH₂-Si'un (AC) ve (c) TiH₂-Mg'un (AB) yanıt-yüzey grafikleri

Buna karşın Şekil 4b ve 4c'de görüldüğü üzere TiH₂ yüzdesinin köpüklerin sertliği üzerine belirgin bir etkisi yoktur. TiH₂ alüminyum köpük üretimi proseslerinde köpükleştirici ajan olarak katılmaktadır ve genellikle köpük morfolojisinde ve köpükleşme performansında rol oynamaktadır (Matijasevic-Lux vd., 2006)

Optik mikroskop ve SEM ile yapılan mikroyapı incelemelerinde ağırlıkça en düşük ve en yüksek Mg ve Si içeriklerine sahip olan numunelerde (Deney No.4 ve 11) yoğun olarak çubuksu yapıda β -AlFeSi yapılarına rastlanmıştır (Şekil 5 a ve 5b ve Şekil 6 a ve 6b).



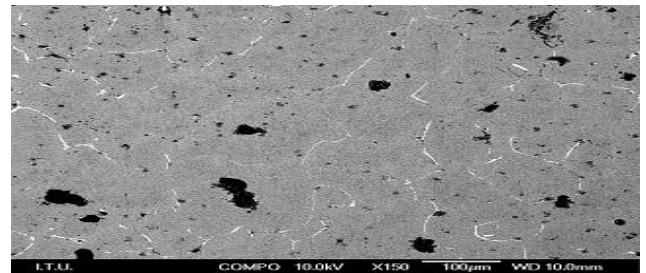
(a)



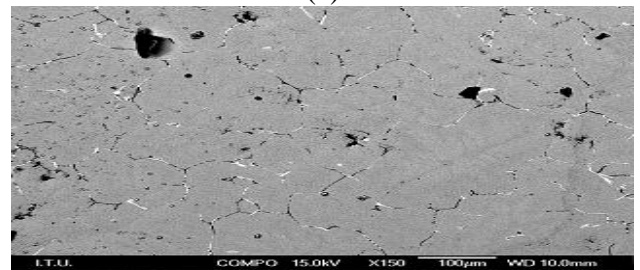
(b)

Şekil 5. Optik mikroskopla elde edilen mikro yapı görüntüleri: Deney No.4(a), Deney No.11 (b)

Şekil 5a ve 5b'de görülen siyah bölgeler köpürme sonucu oluşan kapalı hücreler olup beyaz bölgeler ise bu hücrelerin duvarlarıdır. Her iki numunede de görülen çubuksu fazlar tane sınırlarında oluşmuştur ve bu fazların konsantrasyonlarının artan alaşım elementi içeriğiyle nispeten arttığı gözlenmiştir.



(a)



(b)

Şekil 6. a. SEM görüntüsü (Deney No.4) b. SEM görüntüsü (Deney No.11)

Şekil 7’de mikroyapılarda görülen çubuksu fazlardan alınan EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) analiz sonucu verilmiştir. Analizde Al, Fe ve Si’un yanı sıra çok az miktarda Mg’a rastlanmıştır.

6xxx serisi alaşımlarda döküm yapısında genellikle görülen fazlar Al-Fe-Si ve Al-Fe-Mn-Si fazlarıdır. Bu fazların alüminyum dentritler arasında soğuma hızına, alaşımın kompozisyonuna bağlı olarak oluştuğu bilinmektedir (Liu vd., 1999).

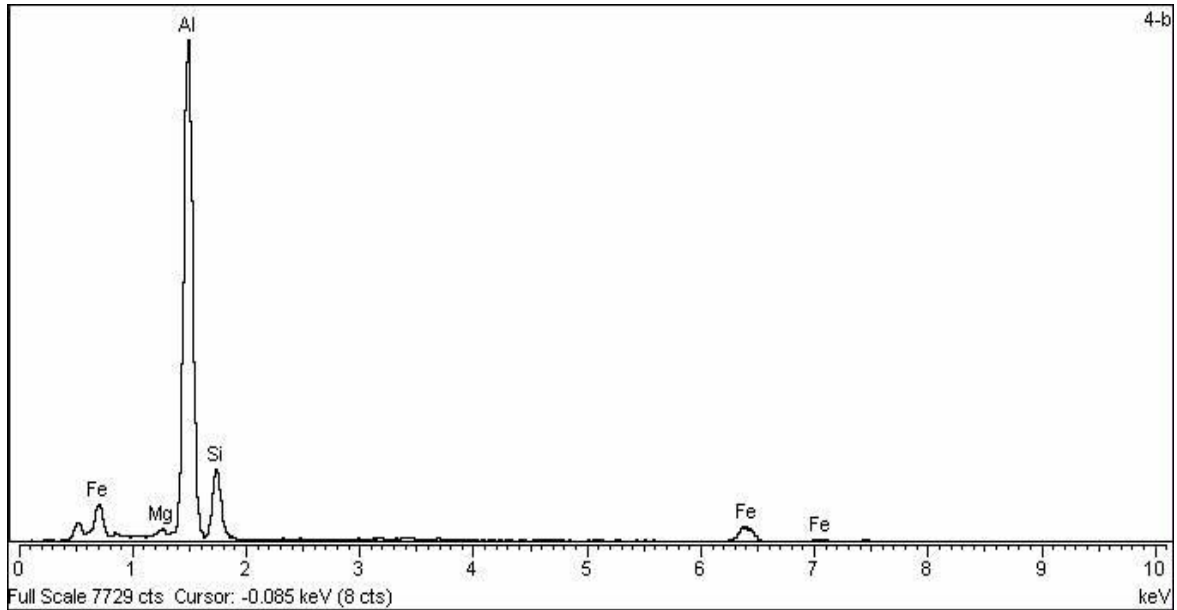
AlFeSi fazının stokiyometrik olarak oluşması için gerekli oran 0.48:1:0.5’dir. Kullanılan alüminyum tozunda yaklaşık %0.21 olan demir miktarına bağlı olarak AlFeSi fazı oluşmuş olup herhangi bir ısıtma işlem yapılmadığı için Mg₂Si fazına belirgin olarak rastlanmamıştır.

Genel sonuçlar

Bu çalışmada, hem akademik hem de endüstriyel anlamda önemi giderek artan kapalı porlu alüminyum köpüğü yapısının toz metalurjisi yöntemiyle üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Al, Mg, Si ve TiH₂ tozları karıştırılıp homojen kompaktlar haline getirildikten sonra, yapı içerisindeki köpükleştirici ajan olan TiH₂’ün bozunma sıcaklığının üstünde bir sıcaklıkta köpürtülerek hızla soğutulmuştur.

Yanıt yüzey analizi kullanılarak tasarlanan ve gerçekleştirilen deneylerin sonuçlarında elde edilen alüminyum köpüklerin mikrosertlikleri ölçülmüş, sonuçlar istatistiki olarak analiz edilmiştir. Köpük mikroyapıları optik mikroskop ve SEM görüntüleri alınarak incelenmiş ve bulunan fazlar EDS ile analiz edilmiştir. Çalışmada ulaşılan sonuçlar genel olarak aşağıdaki şekilde özetlenebilir:

- Ticari saflıkta elementer tozlar kullanılarak alüminyum köpük üretimi gerçekleştirilmiştir. Kompaktlanan elementer tozların alaşımlanma etkisi sergilediği görülmüştür. Buna göre köpükte yapı malzemesi olarak kullanılacak alüminyum alaşımının toz halindeyken alaşımlandırılması adımının elimine edilebileceği görülmektedir.
- Alüminyum köpüklerinin sertlikleri üzerine elementer tozlar halinde eklenen Mg, Si ve köpükleştirici ajanın (TiH₂) etkisi deney tasarımı tekniklerinden yanıt yüzey analizi ile incelenmiştir. Yanıt yüzey analizi ile tasarlanan deney sonuçları istatistiki olarak değerlendirilmiştir. İstatistik araçları kullanılarak elde edilen modelin deneysel olarak ölçülen sertlik değerleri ile yüksek oranda uyduğu gözlenmiştir. Korelasyon katsayıları R² %89.03 ve R² ayarlanmış %86.28 olarak hesaplanmıştır.



Şekil 7. Mikroyapılarda görülen beyaz renkli fazların kimyasal analizi

- Modelde magnezyumun köpük sertlikleri üzerine etkisinin doğrusal, silisyumun ise parabolik etki ettiği tespit edilmiştir. Her iki alaşım elementinin de sertlik değerlerini pozitif yönde etkilediği görülmüştür.
- Köpükleştirici ajan olarak katılan TiH_2 'ün beklendiği gibi köpüklerin sertliğinde belirgin bir etkisi olmadığı tespit edilmiştir.
- Köpüklerin mikroyapı incelemelerinde alüminyum matrisi içinde çubuksu yapıda dağılmış $\beta AlFeSi$ fazlarına rastlanmıştır.

Teşekkür

Bu makale "Metalik Köpüklerin Üretimi ve Üretim Parametrelerinin Deney Tasarım Yöntemleri ile Optimizasyonu" adlı 320390 numaralı BAP Projesinden hazırlanmıştır. İTÜ BAP birimine ve İTÜ yönetimine projemize verdikleri destekten ötürü teşekkür ederiz.

Kaynaklar

- Aly, M.S., (2007). Behavior of closed cell aluminium foams upon compressive testing at elevated temperatures: Experimental results, *Materials Letters*, **61**, 3138–3141.
- Banhart, J. ve Baumeister, J., (1998). Deformation characteristics of metal foams, *Journal of Materials Science*, **33**, 1431–1440.
- Deqing, W., Xiangjun, M., Weiwei ve X., Ziyuan, S., (2006). Effect of processing parameters on cell structure of an aluminum foam, *Materials Science and Engineering A*, **420**, 235–239.
- Duarte, I. Ve Banhart, J. (2000). A study of aluminium foam: formation kinetics and microstructure, *Acta Materialia*, **48**, 2349–2362.
- Hatch, J.E., (1984). *Aluminum: Properties and physical metallurgy*, Aluminum Association., ASM International.
- Idris, M. I., Vodenitcharova, T., M. Hoffmann, (2009). Mechanical behaviour and energy absorption of closed-cell aluminium foam panels in uniaxial compression, *Materials Science and Engineering A*, **517**, 37–45.

- Ip, S. W., Wang, Y., Toguri, M., (1999). Aluminum foam stabilization by solid particles, *Canadian Metallurgical Quarterly*, **38**, 1, 81–92.
- Kennedy, A.R. ve Asavavisitchai, S., (2004). Effects of TiB_2 particle addition on the expansion, structure and mechanical properties of PM Al foams, *Scripta Materialia*, **50**, 115–119.
- Kim, A., Hasan, M.A., Nahm, S.H. ve Cho, S.S., (2005). Evaluation of compressive mechanical properties of Al-foams using electrical conductivity, *Composite Structures*, **71**, 191–198.
- Koza, E., Leonowicz, M., Wojciechowski, S. ve Simancik, F., (2003). Compressive strength of aluminium foams, *Materials Letters*, **58**, 132–135.
- Lehmhus, D., Banhart, J. (2003). Properties of heat-treated aluminium foams, *Materials Science and Engineering A*, **349**, 98–110.
- Lehmhus, D., Banhart, J. ve Rodriguez-Perez, A., (2002). Adaptation of aluminum foam properties by means of precipitation hardening, *Materials Science and Technology*, **18**, 1–7.
- Lehmhus, D., Marschner C., ve J. Banhart, (2002). Influence of heat treatment on compression fatigue of aluminium foams, *Journal of Material Science*, **37**, 3447 – 3451.
- Liu, Y.L., Kang, S.B., Kim, H.W., (1999). The complex microstructures in an as-cast Al–Mg–Si alloy, *Materials Letters*, **41**, 267–272.
- Ma, W-P. ve Tzeng, S-C., (2007). Heat transfer in multi-channels of closed cell aluminum foams, *Energy Conversion and Management*, **48**, 1021–1028.
- Matijasevic, B., Banhart, J., (2006). Improvement of aluminium foam technology by tailoring of blowing agent, *Scripta Materialia*, **54**, 503–508.
- Matijasevic, B., Banhart, J., Fiechter, S., Gorke, O., Wanderka, N., (2006). Modification of titanium hydride for improved aluminium foam manufacture, *Acta Materialia*, **54**, 1887–1900.
- Myers, R.H., Montgomery, D.C., Anderson, C.M., (2009). *Response Surface Methodology*, Wiley.
- Surace, R., De Filippis, L.A.C., Ludovico, A.D. ve Boghetich, G., (2009). Influence of processing parameters on aluminium foam produced by space holder technique, *Materials and Design*, **30**, 1878–1885.